

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-151588

(43) 公開日 平成8年(1996)6月11日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 1 0 M 107/38				
G 1 1 B 5/71				
// C 1 0 N 30:06				
30:08				
40:18				

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 11 頁)

(21) 出願番号 特願平6-288259

(22) 出願日 平成6年(1994)11月22日

(31) 優先権主張番号 特願平6-233100

(32) 優先日 平6(1994)9月28日

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000002185

ソニー株式会社

東京都品川区北品川6丁目7番35号

(72) 発明者 近藤 洋文

東京都品川区北品川6丁目7番35号 ソニ

ー株式会社内

(74) 代理人 弁理士 小池 晃 (外2名)

(54) 【発明の名称】 潤滑剤およびこれを用いた磁気記録媒体

(57) 【要約】

【構成】 1, 5-ソルビタンの4つの水酸基のうち、少なくとも1つは末端にカルボキシル基を有するパーフルオロポリエーテルとエステル結合し、且つ、少なくとも他の1つは末端にカルボキシル基を有する炭化水素とエステル結合した構造を有するソルビタンエステル化合物をヘキサン、トルエン等の溶媒に溶解させて潤滑剤とする。また、金属磁性薄膜型あるいは塗布型の磁気記録媒体における磁性層表面に、上述の潤滑剤を保持させる。

【効果】 本発明の潤滑剤は、あらゆる条件下で優れた潤滑効果を示し、また長期に亘ってその潤滑効果を保持する。このため、この潤滑剤を磁性層に保持させた磁気記録媒体は、優れた走行耐久性、耐摩耗性を発揮する。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 1、5-ソルビタンの 4 つの水酸基のうち、少なくとも 1 つは末端にカルボキシル基を有するパーフルオロポリエーテルとエステル結合し、且つ、少なくとも他の 1 つは末端にカルボキシル基を有する炭化水素とエステル結合した構造を有するソルビタンエステル化合物よりなる潤滑剤。

【請求項 2】 前記末端にカルボキシル基を有する炭化水素は、長鎖カルボン酸であることを特徴とする請求項 1 記載の潤滑剤。

【請求項 3】 非磁性支持体上に少なくとも磁性層が形成されてなる磁気記録媒体において、前記磁性層に、請求項 1 または請求項 2 に記載の潤滑剤が保持されてなることを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項 4】 前記磁性層は、金属磁性薄膜よりなることを特徴とする請求項 3 記載の磁気記録媒体。

【請求項 5】 前記磁性層は、主に強磁性粉末と結合剤とからなる磁性塗料が塗布されてなることを特徴とする請求項 3 記載の磁気記録媒体。

【請求項 6】 前記潤滑剤は、前記磁性塗料に内添されることを特徴とする請求項 5 記載の磁気記録媒体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、磁気記録媒体の走行耐久性を確保するために使用される潤滑剤に関し、また、この潤滑剤が磁性層上に保持された磁気記録媒体に関する。

【0002】

【従来の技術】 一般に、磁気記録媒体、特に磁気テープにおいては、磁気信号の書き込み／読み出しがなされる過程で磁気ヘッドと高速摺動されるが、その際走行が円滑にかつ安定な状態で行われなければならない。しかしながら、磁気記録媒体は高密度記録化のために磁性層表面の平滑化が図られているため、磁気ヘッドやガイドローラー等の摺動部材に対する実質的な接触面積は増加しており、摺動時には、磁気記録媒体と上記摺動部材との間の摩擦係数が上昇して凝着現象（いわゆる張り付き）を起こしやすくなっている。特に、非磁性支持体上に強磁性金属材料を蒸着等の手法により被着させ、これを磁性層とした、いわゆる金属磁性薄膜型の磁気記録媒体においては、磁性層表面の平滑性が極めて良好であるために、上述のような摩擦係数の上昇に伴う問題が発生しやすい。

【0003】 例えば、8 ミリビデオデッキにおいては、磁気テープを 10 個以上のガイドピンに沿ってドラムに巻き付け、ピンチローラーとキャプスタンによって、該磁気テープのテンションを約 20 g、走行速度を 0.5 cm/秒に保ちながら走行させる。この走行系においては、磁気テープの磁性層は、ステンレス製のガイドピンと接触するようになっているため、該磁気テープと該ガ

イドピンとの摩擦係数が大きくなると、磁気テープがスティックスリップを起こして、いわゆるテープ鳴きという現象が起こる。そして、例えば、再生操作中にこのテープ鳴きが起こると、再生画面のひきつれが起こってしまう。

【0004】 また、ポーズ状態では、磁気テープの同じ領域にて磁気ヘッドと高速摺動するため、摩擦係数の上昇が起こると、磁性層が摩耗して、再生出力が低下するという問題が生じる。特に、金属磁性薄膜型のテープにおいては、磁性層が非常に薄いことから、磁性層の摩耗は深刻な問題となる。

【0005】 ハードディスク装置のごとく、磁気ディスクに対して磁気ヘッドをコンタクト・スタート・ストップ（CSS）させる場合にも、摩擦係数の上昇による問題は生じる。これは、磁気ヘッドを浮上させる際、および着陸させる際に、回転する磁気ディスク上を磁気ヘッドが摺動するためである。この場合、摩擦係数の上昇が起こると、磁気ディスクにおける磁性層の摩耗等の問題も起こるが、ヘッドクラッシュといった問題も起こる。なお、商品レベルの信頼性を確保するには CSS 操作を 2 万回行った後の摩擦係数が 0.5 以下であることが望まれる。

【0006】 以上のような摩擦係数の上昇による様々な問題および走行耐久性の問題を解決するために、各種の潤滑剤を使用することが検討されており、該潤滑剤を磁性層上にトップコートしたり、塗布型の磁気記録媒体の場合には磁性塗料中に内添したりする試みがなされている。

【0007】 なお、潤滑剤の特性としては、磁気ヘッドとの良好な潤滑効果を有することはもちろん、（1）寒冷地での使用に際しても所定の潤滑効果が確保できるように低温特性に優れていること、（2）磁気ヘッドとのスパーシングロスを最小限にとどめられるように、極めて薄く塗布できること、その場合にも十分な潤滑効果が発揮できること、（3）長時間の使用および長期に亘って潤滑効果が持続すること、等が要求される。

【0008】 そして、上述のような特性を、数 nm 程度の単分子層レベルの膜厚にて実現するには、潤滑剤を構成する化合物の分子構造の検討が必要となる。現在、磁気記録媒体用の潤滑剤として使用されているものとしては、シリコン系、炭化水素系、フッ素系化合物より構成される潤滑剤が代表的である。

【0009】 シリコン系化合物よりなる潤滑剤は、熱安定性がよいこと、蒸気圧が低いことから、塗布型の磁気記録媒体において使用されている。しかしながら、金属磁性薄膜型の磁気記録媒体に適用すると、十分な潤滑効果が得られず、ピンオンディスクの摩耗加速試験や、CSS 試験では、耐久性の仕様を満足しない。

【0010】 炭化水素系化合物よりなる潤滑剤は、塗布型の磁気記録媒体において主流であるが、シリコン系、

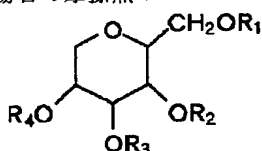
フッ素系化合物よりなる潤滑剤に比して、熱的、化学的な安定性に劣る。また、摩擦による反応によってフリクショナルポリマーが生成してしまうため、潤滑効果が低減し、ときには致命的な故障の原因にもなる。なお、金属磁性薄膜型の磁気記録媒体に用いると、優れた潤滑効果を発揮するが、蒸気圧が高いため、実用化は困難である。

【0011】一方、フッ素系化合物よりなる潤滑剤は、現在最も多く使用されており、中でも、パーフルオロポリエーテルを含有する潤滑剤は、潤滑効果、表面保護効果に優れているため、広く用いられている。この理由としては、パーフルオロポリエーテルは、 CF_2 、 $-\text{O}-\text{CF}_2$ なるエーテル結合がフレキシブルであるために、分子量が同程度の化合物に比して粘度が低いこと、該粘度が幅広い温度領域で変化しないことが挙げられる。さらに、化学的に不活性であること、蒸気圧が低いこと、撥水性に優れることも理由として挙げられる。

【0012】パーフルオロポリエーテルの特性は、主鎖の繰り返し単位、末端基といった分子構造に大きく依存する。例えば、単なるパーフルオロポリエーテルは、化学的に不活性であるため、磁性層表面との吸着力に欠けるが、末端に水酸基やビペロニル基等の極性基を導入することにより、上記吸着力が向上し、磁気記録媒体の耐用年数を増加させることができる。

【0013】

【発明が解決しようとする課題】上述したように、パーフルオロポリエーテル系化合物よりなる潤滑剤は、磁気記録媒体用の潤滑剤として優れた特性を有しているが、今後ますます進む磁気記録システムの高速度に伴う高い摩擦熱に対応できるかは疑問である。該摩擦熱の正確な測定方法は確立されていないものの、磁気記録媒体と磁気ヘッドとの相対速度が数m/秒を越える場合の摩擦熱*



但し、 R_1 、 R_2 、 R_3 、 R_4 のうち、少なくとも1つは末端カルボニルのパーフルオロポリエーテル基であり、且つ少なくとも他の1つは末端カルボニルの炭化水素基であり、残りは全てHである。

【0020】上記化1における $\text{R}_1 \sim \text{R}_4$ にて示される置換基のいずれかを構成する末端カルボニルのパーフルオロポリエーテル基としては、下記化2～化6に示されるものを挙げることができる。

【0021】

【化2】



【0022】

【化3】

* は数百℃に達すると見られているためである。

【0014】パーフルオロポリエーテルは、空気中では350℃以上においても安定であるが、鉄やチタンを含む金属合金、 AlCl_3 、 FeF_3 、 Al_2O_3 等のルイス酸やルイス塩基の存在下では、上述のような高温によって分解反応が促進されると予想される。そして、分解反応が起こると潤滑効果が劣化し、これによって磁気記録システムの信頼性をも損なう結果となる。

【0015】また、パーフルオロポリエーテルに関しては、汎用溶媒に溶解できず、いわゆるフロン系溶媒を用いなければならない点も問題となっている。

【0016】そこで、本発明は、かかる実情に鑑みて提案されたものであり、優れた潤滑効果、表面保護効果を高い摩擦熱の下においても維持でき、且つ、汎用溶媒に溶解できる化合物よりなる潤滑剤を提供することを目的とする。また、該潤滑剤が用いられた、走行性、耐摩耗性、耐久性に優れた磁気記録媒体を提供することを目的とする。

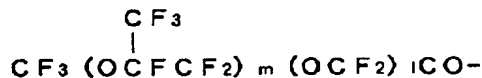
【0017】

【課題を解決するための手段】本発明に係る潤滑剤は、上述の目的を達成するために提案されたものであり、1、5-ソルビタンの4つの水酸基のうち、少なくとも1つは末端にカルボキシル基を有するパーフルオロポリエーテルとエステル結合し、且つ、少なくとも他の1つは末端にカルボキシル基を有する炭化水素とエステル結合した構造を有するソルビタンエステル化合物よりなるものである。

【0018】即ち、本発明にて用いられるソルビタンエステル化合物は、下記化1の一般式にて示される。

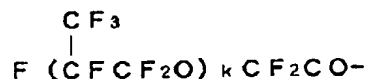
【0019】

【化1】



【0023】

【化4】



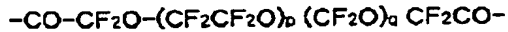
50 【0024】

【化5】



【0025】

【化6】



【0026】ここで、化2～化6において、k, l, m, n, p, q, r, sはすべて1以上の整数である。また、これらの置換基の分子量は600～5000程度とされて好適である。分子量が大きすぎると末端基の効果が小さくなり、小さすぎると、パーフルオロポリエーテル基の効果が薄れてしまう。なお、これらの置換基における末端のカルボニル基は、パーフルオロポリエーテルが有していたカルボキシル基と、ソルビタンの水酸基とがエステル結合することによって形成されたものである。但し、化6にて示されるパーフルオロポリエーテル基は両末端にカルボニル基を有する構造を有しているが、これは両末端にカルボキシル基を有するパーフルオロポリエーテルがそれぞれ異なるソルビタンの水酸基に

10

エステル結合することによって形成されたものである。【0027】一方、R₁～R₄に示される置換基のうち少なくとも他の1つを構成する末端カルボニルの炭化水素基は、その分子量や炭素数は特に限定されず、脂環式炭化水素、芳香族炭化水素、鎖式炭化水素のいずれより構成されてもよい。但し、摩擦係数の低減効果や溶媒への溶解性を考慮すると、炭素数10以上の長鎖炭化水素から構成されて好適である。なお、上記長鎖炭化水素基における飽和、不飽和、分枝の有無は問わない。

【0028】そして、以上のようなソルビタンエステル化合物は、ヘキサンあるいはトルエンといった炭化水素系溶剤に溶解させて、磁気記録媒体用の潤滑剤として使用することができる。

【0029】即ち、本発明に係る磁気記録媒体は、非磁性支持体上に少なくとも磁性層が形成されてなるものであって、該磁性層表面に、上述したようなソルビタンエステル化合物よりなる潤滑剤が保持されてなるものである。

【0030】なお、上記潤滑剤が保持される磁性層は、金属磁性薄膜よりなる磁性層であっても、主に強磁性粉末と結合剤とからなる磁性塗料が塗布されてなる磁性層であってもよい。

【0031】上記潤滑剤を磁性層表面に保持させるには、磁性層を形成後、該磁性層表面に塗布する方法が挙げられる。また、磁性層が磁性塗料を塗布して形成される場合には、磁性塗料中に上記潤滑剤を添加してもよい。いずれも場合においても、上述したソルビタンエステル化合物が磁性層1m²当り0.5mg～100mg、より好ましくは1～20mgとなるように保持されるとよい。この量が少なすぎると、摩擦係数の低減効

50

果、耐磨耗性や耐久性を向上させる効果が顕れない。一方、多すぎると、摺動部材と磁性層との間で張り付きが起こり、かえって走行性が悪くなり、磁気ヘッドに磁性層からの摩耗粉が付着するヘッドクログが発生する等、正常な記録再生が不能となることがある。

【0032】上記潤滑剤を磁性層に保持させる際には、あるソルビタンエステル化合物を単独で用いてもよいし、2種以上のソルビタンエステル化合物を併用してもよい。また、従来公知の潤滑剤と組み合わせて用いることも可能であり、極圧剤や防錆剤と併用することも可能である。

【0033】上記極圧剤を併用する場合には、より厳しい条件下で潤滑効果を持続させるために重量比30:70～70:30程度の配合比で用いる。極圧剤は、境界潤滑領域において部分的に金属接触を生じたときにこれに伴う摩擦熱によって金属面と反応し、反応生成物皮膜を形成することにより摩擦、摩耗防止作用を行うものであって、リン系極圧剤、硫黄系極圧剤、ハロゲン系極圧剤、有機金属系極圧剤、複合系極圧剤等のいずれも使用できる。

【0034】また、防錆剤としては、通常、磁気記録媒体用の防錆剤として使用されるものであればいずれも使用でき、例えばフェノール類、ナフトール類、キノン類、窒素原子を含む複素環化合物、酸素原子を含む複素環化合物、硫黄原子を含む複素環化合物等が使用できる。

【0035】なお、潤滑剤と上記防錆剤等を併用する場合には、混合して用いてもよいが、例えば、磁性層表面に防錆剤を塗布した後、潤滑剤を塗布して2層に分けた方が、それぞれの効果が発揮されやすい。

【0036】ところで、本発明は、いわゆる塗布型の磁気記録媒体にも、金属磁性薄膜の磁気記録媒体にも適用でき、これらを構成する材料は従来公知のものがいずれも使用可能で、何ら限定されるものではない。

【0037】まず、塗布型の磁気記録媒体の場合、非磁性支持体としては、ポリエステル類、ポリオレフィン類、セルロース類、ビニル系樹脂、ポリイミド類、ポリカーボネート類に代表されるような高分子材料によって形成される高分子基板や、アルミニウム合金、チタン合金からなる金属基板、アルミガラス等のセラミックス基板、ガラス基板等が上げられ、その形状も何ら限定されないが、本発明を磁気テープに適用する場合には、ポリエチレンテレフタレートフィルム、ポリエチレンナフタレートフィルム、アラミドフィルム等を用いて好適である。

【0038】磁性塗料を構成する強磁性粉末としては、Fe, Co, Ni等の強磁性金属材料や、Fe-Co, Fe-Ni, Fe-Co-Ni, Co-Ni, Fe-Mn-Zn, Fe-Ni-Zn, Fe-Co-Ni-Cr, Fe-Co-Ni-P, Fe-Co-B, Fe-C

o-Cr-B, Fe-Co-V等のFe, Co, Niを主成分とする各種強磁性合金材料、Mn-Bi, Mn-Al等の合金材料からなる強磁性金属粒子が好適である。また、種々の特性を改善する目的でAl, Si, Ti, Cr, Mn, Cu, Zn, Mg, P等の元素が添加されても良い。また、 γ -Fe₂O₃, Co含有 γ -Fe₂O₃, Fe₃O₄, Co含有 γ -Fe₃O₄, Co被着 γ -Fe₂O₃, CrO₂等、従来公知の酸化物磁性粉末であってもよい。

【0039】同じく磁性塗料を構成する結合剤としては、例えば、ビニル系共重合体、ポリエステル-ポリウレタン系樹脂、ポリカーボネート-ポリウレタン系樹脂、ニトロセルロース樹脂等が挙げられる。

【0040】さらに上記磁性塗料には、前記の結合剤、強磁性粉末の他に添加剤として分散剤、研磨剤、帯電防止剤、防錆剤等が加えられても良く、これらの添加剤としては、従来公知の材料がいずれも使用可能である。

【0041】一方、金属磁性薄膜の磁気記録媒体である場合、非磁性支持体としては、上述した塗布型の磁気記録媒体にて用いられる材料が同様に使用できる。なお、Al合金板やガラス板等の剛性を有する基板を使用した場合には、基板表面にアルマイト処理等の酸化皮膜やNi-P皮膜等を形成してその表面を硬くするとよい。

【0042】金属磁性薄膜としては、メッキやスパッタリング、真空蒸着等の手法により連続膜として形成されるもので、Fe, Co, Ni等の金属やCo-Ni系合金、Co-Pt系合金、Co-Pt-Ni系合金、Fe-Co系合金、Fe-Ni系合金、Fe-Co-Ni系合金、Fe-Ni-B系合金、Fe-Co-B系合金、Fe-Co-Ni-B系合金等からなる面内磁化記録金属磁性膜やCo-Cr系合金薄膜が挙げられる。

【0043】特に、面内磁化記録金属磁性薄膜の場合、予め非磁性支持体上にBi, Sb, Pb, Sn, Ga, In, Ge, Si, Ti等の低融点非磁性材料の下地層を形成しておき、金属磁性材料を垂直方向から蒸着あるいはスパッタし、金属磁性薄膜中にこれら低融点非磁性材料を拡散せしめ、配向性を解消して面内等方性を確保するとともに、抗磁性を向上するようにしても良い。

【0044】また、このような金属磁性薄膜型磁気記録媒体をハードディスクとして使用する場合には、磁性層上に保護膜を設けて好適である。この保護膜としては、カーボン膜、ダイヤモンド状あるいはアモルファス状カーボン膜、酸化クロム膜、SiO₂, ZrO₂膜等の硬質保護膜が挙げられる。かかる保護膜を形成する方法としては、スパッタリングが一般的であるが、特にこれに限定されるものではなく、従来公知の方法がいずれも使用可能である。この場合、保護膜の膜厚は5~100nmとされることが好ましく、特に5~30nmとされることが好ましい。なお、磁性層上に保護膜を設けた場合、上述した潤滑剤は、該保護膜上に塗布すればよい。

【0045】そして、塗布型、金属磁性薄膜型のいずれの磁気記録媒体においても、必要に応じて、結合剤と研磨剤とを主体とするバックコート層を形成してもよい。この場合、バックコート層の成膜条件は通常、磁気記録媒体の製造方法に適用される方法であれば良く、特に限定されない。そして、上記バックコート層に、前述の潤滑剤を塗布させたり、あるいは内添させたりしてもよい。また、バックコート層表面に潤滑剤を保持させ、リールに巻かれた状態に保持しておくことにより、磁性層表面に該潤滑剤を移行させることも可能である。

【0046】

【作用】本発明に係る潤滑剤に含まれるソルビタンエステル化合物は、末端にカルボキシル基を有するパーフルオロポリエーテルとソルビタンとのエステル化合物であり、且つ、末端にカルボキシル基を有する炭化水素とソルビタンのエステル化合物でもある。

【0047】上記ソルビタンエステル化合物において、パーフルオロポリエーテル基は、撥水性を高め、表面エネルギーを低減する働きをする。このため、摩擦係数の低下に寄与し、優れた潤滑効果を発揮する。また、熱安定性や耐久性を改善する働きもある。

【0048】一方、炭化水素基は、パーフルオロポリエーテル基を有するソルビタンエステル化合物の溶解性を向上させる働きをする。このため、本発明の潤滑剤には、種々の炭化水素系の溶剤が使用でき、フロン系溶剤を使用する必要がない。

【0049】したがって、塗布型の磁気記録媒体、金属磁性薄膜型の磁気記録媒体のいずれにおいても、磁性層に上述の効果を有する潤滑剤を保持させれば、摩擦係数が低減されて走行耐久性が向上する。また、耐摩耗性、耐久性も改善できる。

【0050】

【実施例】以下、本発明の具体的な実施例について説明するが、本発明がこの実施例に限定されるものではないことはいうまでもない。

【0051】実施例1

まず、1, 5-ソルビタンの4つの水酸基のうち、1つはF(CF₂CF₂CF₂O), CF₂COOHなる末端にカルボキシル基を有するパーフルオロポリエーテルとエステル結合し、且つ、他の1つはステアリン酸(C₁₇H₃₅COOH)とエステル結合したソルビタンエステル化合物(化合物A)を合成した。

【0052】具体的には、ソルビタンステアレート、F(CF₂CF₂CF₂O), CF₂COOH、触媒量のD-トルエンスルホン酸を無水トルエン中に加え、加熱、攪拌しながら反応させた。なお、生成する水分はトルエンと共沸させて除去した。反応が終了したらトルエンを除去し、展開溶媒としてアセトン5%含有n-ヘキサンを用いて、シリカゲルカラムクロマトグラフィーにて精製した。

【0053】なお、得られた化合物の赤外線吸収スペクトルを観察したところ、 3450 cm^{-1} に水酸基の伸縮振動が見られ、 2930 cm^{-1} にCH基の伸縮振動が見られ、さらに、 1795 cm^{-1} と 1740 cm^{-1} にそれぞれF (CF_2 , CF_2 , CF_2O)、 CF_2 , CO 、 $\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{CO}$ に起因するとおもわれるカルボニル基の伸縮振動が見られた。また、 $1350\sim 1000\text{ cm}^{-1}$ にはCF基の伸縮振動が現れていた。この結果より、1,5-ソルビタンの4つの水酸基のうち、少なくとも1つはF (CF_2 , CF_2 , CF_2O)、 CF_2 , COOH なる末端に*

*カルボキシル基を有するパーフルオロポリエーテルとエステル結合し、且つ、少なくとも他の1つは $\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{COOH}$ とエステル結合したソルビタンエステル化合物が合成できたことがわかった。

【0054】なお、上述のようにして合成された化合物Aの化学式は、化1に示される一般式において、置換基 $\text{R}_1\sim\text{R}_4$ がそれぞれ表1に示されるものであると思われる。

【0055】

【表1】

化合物	R_1	R_2	R_3	R_4
A	化2	$\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{CO}$	H	H
B	化2	$\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{CO}$	$\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{CO}$	H
C	化2	化2	$\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{CO}$	H
D	化2	$\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{CO}$	$\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{CO}$	$\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{CO}$
E	化4	$\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{CO}$	H	H
F	化4	$\text{C}_8\text{H}_9\text{CO}$	$\text{C}_8\text{H}_{11}\text{CO}$	H
G	化4	化5	$\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{CO}$	H
H	化4	化4	$\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{CO}$	$\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{CO}$
I	化6	$\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{CO}$	H	H
J	化6	$\text{C}_8\text{H}_{19}\text{CO}$	H	H
K	化6	$\text{C}_{17}\text{H}_{33}\text{CO}$	H	H
L	化6	化6	$\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{CO}$	H
M	化6	$\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{CO}$	$\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{CO}$	H
N	化6	$\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{CO}$	$\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{CO}$	$\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{CO}$

【0056】そして、本実施例においては、上記化合物Aをヘキサンに溶解してなる潤滑剤を金属磁性薄膜型の磁気記録媒体に塗布した。

【0057】具体的には、 10μ 厚のポリエチレンテレフタレートフィルムに斜方蒸着法によりCoを膜厚 200 nm にて被着させ、強磁性金属薄膜よりなる磁性層を形成した後、該磁性層表面に上記潤滑剤を 5 mg/m^2 なる塗布量にて塗布した。その後、これを8ミリ幅に裁断して、実施例1のサンプルテープを完成した。

【0058】実施例2～14

ソルビタンエステル化合物として、化1における置換基 $\text{R}_1\sim\text{R}_4$ がそれぞれ表1に示されるような構造を有する化合物B～化合物Nを用いた以外は実施例1と同様にして、実施例2～実施例14のサンプルテープをそれぞれ作製した。

【0059】なお、表1に示される置換基 $\text{R}_1\sim\text{R}_4$ の

うち、 $\text{C}_8\text{H}_9\text{CO}$ は、安息香酸とソルビタンの水酸基とがエステル結合した結果得られ、 $\text{C}_8\text{H}_{11}\text{CO}$ は、シクロヘキシルカルボン酸とソルビタンの水酸基とがエステル結合した結果得られたものであり、その他、 $\text{C}_8\text{H}_9\text{CO}$ なる構造にて示される置換基は、全て長鎖カルボン酸とソルビタンの水酸基とがエステル結合した結果得られたものである。また、化合物I～化合物Nにおいては、置換基 R_1 または置換基 R_1 、 R_2 として化6に示されるものを用いている。この化6の両末端のカルボニル基は、両末端のカルボキシル基がそれぞれ異なるソルビタンにおける水酸基と結合することによって得られたものであるため、化合物I～化合物Nは、1分子中にソルビタンが2つまたは3つ存在する構造となされている。

【0060】比較例1～3

潤滑剤に含有される化合物として、F (CF_2 , CF_2 , CF_2O)、 CF_2 , CF_2 , CH_2OH なる末端に水酸基を

11

有するパーフルオロポリエーテル（化合物Oとする。）を用いた以外は実施例1と同様にして磁気テープを作製し、比較例1のサンプルテープとした。

【0061】潤滑剤に含有される化合物として、F（CF₂、CF₂、CF₂、O）、CF₂、COOHなる末端にカルボキシル基を有するパーフルオロポリエーテル（化合物Pとする。）を用いた以外は実施例1と同様にして磁気テープを作製し、比較例2のサンプルテープとした。

【0062】潤滑剤に含有される化合物として、化1に示される一般式におけるR₁～R₄がそれぞれ、R₁ = *10

磁性塗料の組成

強磁性金属磁性粉（比表面積50m ² /g）	100重量部
塩化ビニル-酢酸ビニル共重合体	10.5重量部
ポリウレタン樹脂	10.5重量部
カーボン（帯電防止剤）	5重量部
メチルエチルケトン	150重量部
シクロヘキサノン	150重量部

以上の材料をボールミルにて24時間混合してからフィルターを通して取り出し、さらに硬化剤（日本ポリウレタン社製 コロネートL）4重量部を加えさらに30分攪拌した。その後、この磁性塗料を非磁性支持体である12μm厚ポリエチレンテレフタレートフィルム上に乾燥後の厚みが2μmとなるように塗布し、磁場配向処理、乾燥、巻取りを行い、さらにカレンダー処理した。そして、上述のようにして形成された磁性層表面に、化合物Aをヘキサンに溶解してなる潤滑剤を5mg/m²なる塗布量にて塗布した。その後、これを8ミリ幅に裁断して、実施例15のサンプルテープを完成した。

【0066】実施例16～28

ソルビタンエステル化合物として、化合物B～化合物Nを用いた以外は実施例15と同様にして、実施例16～実施例28のサンプルテープを作製した。

【0067】比較例4～6

潤滑剤に含有される化合物として、比較例1に示した化合物O、比較例2に示した化合物P、比較例3に示した化合物Qを用いた以外は実施例15と同様にして磁気テープをそれぞれ作製し、比較例4、比較例5、比較例6のサンプルテープとした。

【0068】特性の評価

まず、金属磁性薄膜型の磁気記録媒体について、潤滑剤

12

* H、R₂ = C₁, H₃, CO、R₃ = C₁, H₃, CO、R₄ = Hなるソルビタンジステアレート（化合物Qとする。）を用いた以外は実施例1と同様にして磁気テープを作製し、比較例3のサンプルテープとした。

【0063】実施例15

本実施例は、上記化合物Aをヘキサンに溶解してなる潤滑剤を塗布型の磁気記録媒体に塗布したものである。

【0064】具体的には、先ず、下記の組成による磁性塗料を調整した。

【0065】

による走行耐久性の改善効果を調べた。

【0069】上述のようにして作製された実施例1～14、比較例1～3のサンプルテープについて、条件α、条件β、条件γなる雰囲気条件における摩擦係数、スチル耐久性、シャトル耐久性を測定した。スチル耐久性はポーズ状態で出力が3dB低下するまでの時間にて評価し、シャトル耐久性は、1回につき2分間のシャトル走行を行い、出力が3dB低下するまでのシャトル回数で評価した。なお、α、β、γにて示される各雰囲気条件を表2に示し、各サンプルテープにおける測定結果を、潤滑剤に含有される化合物の種類と共に表3～6に示す。

【0070】

【表2】

	雰囲気条件
α	25℃60%RH
β	40℃80%RH
γ	-5℃

【0071】

【表3】

	条件	摩擦係数	スチル耐久性 (分)	シャトル耐久性 (回)
実施例 1 (化合物 A)	α	0.20	>120	>150
	β	0.27	>120	>150
	γ	0.20	>120	>150
実施例 2 (化合物 B)	α	0.19	>120	>150
	β	0.28	>120	>150
	γ	0.19	>120	>150
実施例 3 (化合物 C)	α	0.20	>120	>150
	β	0.26	>120	>150
	γ	0.20	>120	>150
実施例 4 (化合物 D)	α	0.22	>120	>150
	β	0.29	>120	>150
	γ	0.23	>120	>150

【0072】

* * 【表 4】

	条件	摩擦係数	スチル耐久性 (分)	シャトル耐久性 (回)
実施例 5 (化合物 E)	α	0.21	>120	>150
	β	0.28	>120	>150
	γ	0.22	>120	>150
実施例 6 (化合物 F)	α	0.24	>120	>150
	β	0.31	>120	>150
	γ	0.24	>120	>150
実施例 7 (化合物 G)	α	0.21	>120	>150
	β	0.27	>120	>150
	γ	0.22	>120	>150
実施例 8 (化合物 H)	α	0.23	>120	>150
	β	0.28	>120	>150
	γ	0.22	>120	>150

【0073】

【表 5】

	条件	摩擦係数	スチル耐久性 (分)	シャトル耐久性 (回)
実施例 9 (化合物 I)	α	0.19	>120	>150
	β	0.27	>120	>150
	γ	0.20	>120	>150
実施例 10 (化合物 J)	α	0.21	>120	>150
	β	0.27	>120	>150
	γ	0.22	>120	>150
実施例 11 (化合物 K)	α	0.21	>120	>150
	β	0.26	>120	>150
	γ	0.22	>120	>150
実施例 12 (化合物 L)	α	0.17	>120	>150
	β	0.26	>120	>150
	γ	0.17	>120	>150
実施例 13 (化合物 M)	α	0.17	>120	>150
	β	0.24	>120	>150
	γ	0.18	>120	>150
実施例 14 (化合物 N)	α	0.23	>120	>150
	β	0.29	>120	>150
	γ	0.22	>120	>150

【0074】

* * 【表6】

	条件	摩擦係数	スチル耐久性 (分)	シャトル耐久性 (回)
比較例 1 (化合物 O)	α	0.32	>120	>150
	β	0.41	78	98
	γ	0.31	65	79
比較例 2 (化合物 P)	α	0.32	>120	>150
	β	0.44	58	78
	γ	0.33	64	85
比較例 3 (化合物 Q)	α	0.24	58	56
	β	0.33	45	85
	γ	0.24	39	46

【0075】表3～6より、実施例1～14のサンプルテープは、どの雰囲気条件においても摩擦係数が小さく、スチル耐久性、シャトル耐久性に優れていることがわかる。一方、比較例1～3のサンプルテープは、摩擦係数が大きく、スチル耐久性およびシャトル耐久性も大幅に劣化している。

【0076】これより、比較例1、2にて用いられたパーフルオロポリエーテル系の化合物（化合物O、P）、比較例3にて用いられたパーフルオロポリエーテル基を持たないソルビタンエステル化合物（化合物Q）に比して、実施例1～14にて用いられたパーフルオロポリエーテル基を有するソルビタンエステル化合物（化合物A

～N）の方が潤滑効果に優れており、磁気記録媒体の走行耐久性を向上させる効果に優れていることがわかった。

【0077】次に、塗布型の磁気記録媒体について、潤滑剤による耐摩耗性や耐久性の改善効果を調べた。

【0078】上述のようにして作製された実施例15～28、比較例4～6のサンプルテープについて、条件 α における摩擦係数、スティックスリップ、ドロップアウトを測定した。また、条件 β なる雰囲気下に7日間保存（エージング）した後、同様に摩擦係数、スティックスリップ、ドロップアウトを測定した。なお、スティックスリップは、摩擦時の静止摩擦係数が0.6未満なら○

とし、0.6程度なら△とし、それ以上なら×として評価した。一方、ドロップアウトは、3分間に3μse【0079】
c、10dB以上の出力低下が起こる回数として評価した。【表7】
この結果を、潤滑剤に含有される化合物の種類と共に*

	条件	摩擦係数	スティック スリップ	ドロップアウト (回)
実施例15 (化合物A)	前	0.21	○	68
	後	0.22	○	85
実施例16 (化合物B)	前	0.20	○	71
	後	0.21	○	78
実施例17 (化合物C)	前	0.20	○	95
	後	0.22	○	119
実施例18 (化合物D)	前	0.24	○	70
	後	0.26	○	85

【0080】

※ ※ 【表8】

	条件	摩擦係数	スティック スリップ	ドロップアウト (回)
実施例19 (化合物E)	前	0.21	○	65
	後	0.22	○	78
実施例20 (化合物F)	前	0.25	○	71
	後	0.27	○	95
実施例21 (化合物G)	前	0.22	○	59
	後	0.23	○	85
実施例22 (化合物H)	前	0.24	○	75
	後	0.38	○	96

【0081】

★30★ 【表9】

	条件	摩擦係数	スティック スリップ	ドロップアウト (回)
実施例23 (化合物I)	前	0.20	○	89
	後	0.22	○	95
実施例24 (化合物J)	前	0.22	○	78
	後	0.23	○	89
実施例25 (化合物K)	前	0.22	○	69
	後	0.23	○	87
実施例26 (化合物L)	前	0.19	○	84
	後	0.21	○	98
実施例27 (化合物M)	前	0.20	○	74
	後	0.22	○	96
実施例28 (化合物N)	前	0.23	○	85
	後	0.27	○	105

【0082】

【表10】

	条件	摩擦係数	スティック スリップ	ドロップアウト (回)
比較例 4 (化合物 O)	前	0.29	○	120
	後	0.30	×	120
比較例 5 (化合物 P)	前	0.31	○	123
	後	0.33	×	123
比較例 6 (化合物 Q)	前	0.25	○	95
	後	0.30	△	151

【0083】表 7～10 より、実施例 15～28 のサンプルテープは、エージング前後とも摩擦係数が小さく、スティックスリップ、ドロップアウトに優れていることがわかる。一方、比較例 4～6 のサンプルテープは、エージング後、スティックスリップ、ドロップアウトが大幅に劣化している。

【0084】これより、比較例 4、5 にて用いられたパーフルオロポリエーテル系の化合物（化合物 O、P）、比較例 6 にて用いられたパーフルオロポリエーテル基を持たないソルビタンエステル化合物（化合物 Q）に比し

A～N）の方が潤滑効果に優れており、磁気記録媒体の耐摩耗性、耐久性を向上させる効果に優れていることがわかった。

【0085】

【発明の効果】以上の説明からも明らかなように、置換基が適切に選択されたソルビタンエステル化合物を用いた潤滑剤は、あらゆる条件下で優れた潤滑効果を示し、また長期に亘ってその潤滑効果を保つことができる。

【0086】このため、この潤滑剤を磁性層に保持させた磁気記録媒体は、金属磁性薄膜型の磁気記録媒体、塗布型の磁気記録媒体を問わず、優れた走行耐久性、耐摩耗性を発揮する。